

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-129465
(43)Date of publication of application : 16.05.1997

(51)Int.Cl. H01F 41/02

(21)Application number : 07-282142 (71)Applicant : DAIDO STEEL CO LTD
(22)Date of filing : 30.10.1995 (72)Inventor : KASAI YASUMASA
YAMADA HIYOSHI
YOSHIKAWA NORIO

(54) MANUFACTURE OF ND-FE-B MAGNET**(57)Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To enhance an Nd-Fe-B magnet in density, deformation rate, and occurrence of anisotropy by a method wherein scaly graphite prescribed in average grain diameter is used as lubricant in a hot press process.

SOLUTION: Alloy of 30.5weight% of Nd, 6.0weight% of Co, 0.9weight% of B, 0.6weight% of Ga, and residual weight% of Fe in composition is fused, and the melt is quenched into a thin band through a single roll method. The thin band is ground into powder, and the powder is molded into a cylinder by through a cold press. Lubricating liquid composed of etharaol and high- temperature lubricant dispersed into it is applied onto the surface of the molded cylinder, and the molded cylinder is pressed with pressure at a temperature of 800° C or so in an atmosphere of Ar. Scaly graphite above 3μm in average diameter is used as the lubricant. By this setup, a magnet high in molding density, magnetic characteristics, and processability can be realized.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 26.07.2002
[Date of sending the examiner's decision of rejection]
[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]
[Date of final disposal for application]
[Patent number]
[Date of registration]
[Number of appeal against examiner's decision of rejection]
[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]
[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-129465

(43) 公開日 平成9年(1997)5月16日

(51) Int.Cl.⁸

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

H 0 1 F 41/02

H 0 1 F 41/02

G

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号

特願平7-282142

(22) 出願日

平成7年(1995)10月30日

(71) 出願人

000003713

大同特殊鋼株式会社

愛知県名古屋市中区錦一丁目11番18号

(72) 発明者

葛西 靖正

愛知県名古屋市長区鳴海町字丸内22 グローリアス鳴海401

(72) 発明者

山田 日吉

愛知県岩倉市東町東市場屋敷121

(72) 発明者

吉川 紀夫

愛知県名古屋市中川区草平町1-109-1

(74) 代理人

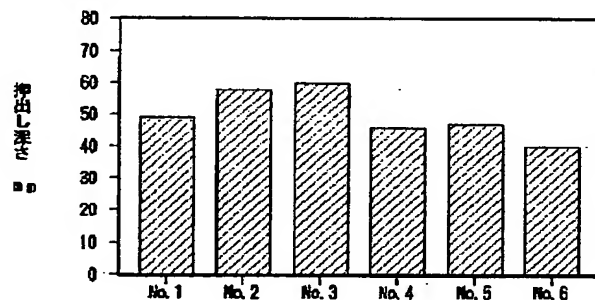
弁理士 須賀 総夫

(54) 【発明の名称】 Nd-Fe-B系磁石の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 Nd-Fe-B系磁石の製造において、熱間のプレスおよび熱間の塑性加工を良好な潤滑下を実施し、高い焼結密度と高い磁気特性、とくに高いラジアル異方性をもった磁気特性をもつ磁石を実現する。

【解決手段】 潤滑剤として、天然黒鉛のうち鱗片状であって平均粒径が3 μ m以上の大きなものを使用する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 Nd-Fe-B系磁石合金の急冷薄帯から得た粉末を冷間でプレス成形し、続いて熱間でプレスする工程を含む磁石の製造において、熱間のプレスに当って、平均粒径が $3\mu\text{m}$ 以上の鱗片状黒鉛を潤滑剤として使用することを特徴とするNd-Fe-B系磁石の製造方法。

【請求項2】 Nd-Fe-B系磁石合金の急冷薄帯から得た粉末を冷間でプレス成形し、続いて熱間でプレスし、さらに熱間で塑性加工する工程を含む磁石の製造において、熱間の塑性加工に当って、平均粒径が $3\mu\text{m}$ 以上の鱗片状黒鉛を潤滑剤として使用することを特徴とするNd-Fe-B系磁石の製造方法。

【請求項3】 Nd-Fe-B系磁石合金の急冷薄帯から得た粉末を冷間でプレス成形し、続いて熱間でプレスし、さらに熱間で塑性加工する工程を含む磁石の製造において、熱間のプレスに当って、平均粒径が $3\mu\text{m}$ 以上の鱗片状黒鉛を潤滑剤として使用することを特徴とするNd-Fe-B系磁石の製造方法。

【請求項4】 鱗片状黒鉛を、分散剤および粘着剤とともに溶媒に混合した液剤の形で、被加工品の表面に塗布して実施する請求項1～3のいずれかの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、Nd-Fe-B系磁石の製造方法の改良に関し、より高密度で磁気特性のすぐれた磁石を与える。

【0002】ここで、Nd-Fe-B系磁石とは、 $(20\sim 40\%)\text{Nd}-(0.3\sim 3.0\%)\text{B}$ -残部Feからなる組成をもつ磁石合金の、急冷薄帯を粉砕して得た粉末を熱間でプレスし、高密度化した磁石をいう。Feのうち最大50%まではCoで置き換えたものも、またこれ以外の成分を少量添加したものも、この磁石に包含される。

【0003】

【従来の技術】Nd-Fe-B系焼結磁石の製造は、磁石合金の粉末をまず冷間でプレス成形し、得られた圧粉成形体を熱間でプレスして密度を高めることにより成形体を用意し、これを加工して磁石素材としたのち、所望の着磁をすることにより行なっている。加工は、磁石がより高い磁気特性を発揮するよう、異方性が生じる態様で行なうことが多く、たとえば熱間の後方押出しにより筒状体とし、ラジアル異方性をもったリング磁石を製造する。

【0004】上記の熱間のプレスおよびその後の熱間の塑性加工に当って、高温潤滑剤として知られるMoS₂、やBN、さらには黒鉛などが使用されている。しかし、それらの潤滑性能は高いものではなく、プレスによって達成できる密度や塑性加工時の材料の流れなど、なお改善の余地がある。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、Nd-Fe-B系焼結磁石の製造において、熱間のプレスおよび熱間の塑性加工に使用する潤滑剤として従来品より高性能のものを選択することにより、到達できる密度をより高くするとともに、塑性加工時の材料の変形量をより大きくし、異方性の発現をより高度にする磁石の製造方法を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明のNd-Fe-B系焼結磁石の製造方法のひとつの態様は、Nd-Fe-B系磁石合金の急冷薄帯から得た粉末を冷間でプレス成形し、続いて熱間でプレスする工程を含む磁石の製造において、熱間のプレスに当って、平均粒径が $3\mu\text{m}$ 以上の鱗片状黒鉛を潤滑剤として使用することを特徴とする。

【0007】本発明の製造方法のいまひとつの態様は、Nd-Fe-B系磁石合金の急冷薄帯から得た粉末を冷間でプレス成形し、続いて熱間でプレスし、さらに熱間で塑性加工する工程を含む磁石の製造において、熱間の塑性加工に当って、平均粒径が $3\mu\text{m}$ 以上の鱗片状黒鉛を潤滑剤として使用することを特徴とする。

【0008】本発明の製造方法のさらに別の態様は、上記の熱間でプレスし、さらに熱間で塑性加工する工程を含む磁石の製造において、熱間のプレスに当って、平均粒径が $3\mu\text{m}$ 以上の鱗片状黒鉛を潤滑剤として使用することを特徴とする。

【0009】上記第三の態様を実施すれば、熱間のプレスに当って適用された潤滑剤がプレス後もなおプレス品の表面に残っていて、続く熱間の塑性加工においても、ある程度の潤滑作用を示す。確実な潤滑作用を所望する場合は、熱間の塑性加工に当って改めて潤滑剤を適用すればよい。

【0010】鱗片状黒鉛は、天然に産出する黒鉛の中からえらぶ。人造黒鉛には適切なものが見出し難いようである。天然黒鉛の鱗片状のものでも、平均粒径が $3\mu\text{m}$ に達しない細粒のものは有用でなく、また粗粒のものであっても土状黒鉛とよばれるものは不適當である。

【0011】潤滑剤としての黒鉛の適用は、既知の技術において行なわれているように、黒鉛を分散剤、たとえばコハク酸イミドなどと、粘着剤、代表的にはCMC（カルボキシメチルセルロース）とともに、適当な溶媒、たとえばエタノール、またはそれに水やケトンなどを混合したものの中に分散させ、適切な粘度をもった潤滑剤液の形として行なえばよい。

【0012】適用は、噴霧、ハケ塗り、浸漬そのほか任意の手段によることができ、塗布の厚さは、0.1～0.5mmの範囲から、必要に応じて（たとえば熱間のプレスに続いて熱間の塑性加工を行なう場合は厚目にするなど）選択する。

【0013】

【作用】黒鉛を潤滑剤とすることは、前記したように希土類焼結磁石の製造に関しても試みられていたが、その成績は不満足なものであった。発明者らは、黒鉛粉末の形状や大きさが潤滑性能に関係があるのではないかと考え、種々の形状・粒径の黒鉛を使用して実験の結果、鱗片状で平均粒径 $3\mu\text{m}$ 以上のものが有用であることを見出して本発明に至った。

【0014】

【実施例】

【実施例1】 30.5% (重量%) $\text{Nd}-6.0\%\text{Co}-*$

No.	区 分	潤 滑 剤	平均粒径 (μm)
1	比較例	天然鱗片状黒鉛	1
2	実施例	天然鱗片状黒鉛	3
3	実施例	天然鱗片状黒鉛	6
4	比較例	天然土状黒鉛	6
5	比較例	人造黒鉛 *	6
6	比較例	二硫化モリブデン	6

* No. 5の形状はNo. 4の土状に近い。

【0017】No. 3およびNo. 4の黒鉛の電子顕微鏡写真(ともに上記冷間プレス成形品の表面に塗布した状態で撮影)を、図1および図2にそれぞれ示す。

【0018】上記の試料No. 1~6について、熱間のプレス時間と見掛け密度の変化を図3に、またその磁気特性の尺度である最大エネルギー積(BH)maxを図4に、それぞれ示す。本発明に従って鱗片状で平均粒径 $3\mu\text{m}$ 以上の黒鉛を潤滑剤として使用すれば、短いプレス時間で高い成形体密度と高い磁気特性が得られることが、図3および図4のデータからわかる。

【0019】【実施例2】実施例1におけるNo. 3の製品、すなわち平均粒径 $6\mu\text{m}$ の天然鱗片状黒鉛を潤滑剤として使用した熱間プレス成形品にショットブラストを行なって、その表面の黒鉛潤滑剤をいったん除去した。

その上で再度前記No. 1~6の潤滑剤を塗布して、やはりArガス雰囲気下、温度 800°C で一定時間パンチで加圧する後方押出しを行なって、有底筒状体を製作した。

【0020】このときの、材料の押出し深さを、図5に比較して示す。実施例であるNo. 2およびNo. 3が、比較例であるNo. 1, 4, 5および6よりすぐれていることが、この図から明らかである。

【0021】【実施例3】実施例1で各種の潤滑剤を塗布し熱間のプレスを行なった対象を、インナーパンチおよびアウトーパーパンチをそなえた装置で、Arガス雰囲気中、温度 800°C で熱間のプレスを行ない、プレス後そのまま後方押出し加工を行なった。ただし、潤滑剤は実施例1より厚目に塗った。

【0022】No. 2またはNo. 3の黒鉛を塗布したときは、連続500回以上の押出し加工が可能であったのに

* $0.9\%\text{B}-0.6\%\text{Ga}$ -残部Feの組成をもつ合金を溶製し、その溶湯を単ロール法で超急冷して薄帯とした。この薄帯を粉碎し、 $300\mu\text{m}$ 以下の粒度の粉末とした。粉末の冷間プレス成形を行なって、直径 30mm ×高さ 20mm の短い円柱状体を製造した。その見掛け密度は、 $5.8\text{g}/\text{cm}^3$ である。

【0015】この粉末成形体に、下記6種の高温潤滑剤をそれぞれエタノール中に分散させた潤滑液を塗布し、Arガス雰囲気中、温度 800°C で、同じ圧力を加えて10, 12または14秒間プレスした。

【0016】

対し、それ以外の潤滑剤を塗布したときは、10回程程度の押出しで、パンチと材料との間に焼き付きが生じて、以後の押出しができなくなった。

【0023】

【発明の効果】本発明の方法によりNd-Fe-B系磁石を製造すれば、熱間のプレスが短時間で済んで、高い成形密度と高い磁気特性とが得られる。熱間の塑性加工を続行する場合には、従来より高い加工率の実現でき、従って高い磁気異方性をもった磁石を製造することができる。高い加工率は、代表的な加工法である押出し加工による筒状体の製造と、その筒状体の切断によるリング状磁石の製造においては、押出し深さがより長くなり多数のリングが取得できる結果に連なるから、得られる磁石のラジアル異方性が高いという効果に加えて、1箇あたりのコストが低くなるという利益をもたらす。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の実施例で使用した、平均粒径の大きな天然鱗片状黒鉛の形状を示す電子顕微鏡写真。

【図2】 本発明の比較例で使用した、平均粒径の大きな天然土状黒鉛の形状を示す電子顕微鏡写真。

【図3】 本発明の実施例および比較例における、熱間のプレス時間と成形体の密度との関係を示すグラフ。

【図4】 本発明の実施例および比較例における、熱間のプレス時間と成形体の最大エネルギー積との関係を示すグラフ。

【図5】 本発明の実施例および比較例における、使用した潤滑剤の種類と押出し加工製品の押出し深さとの関係を示す棒グラフ。

【図1】



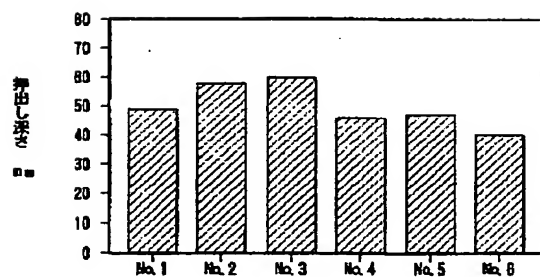
10 μm

【図2】

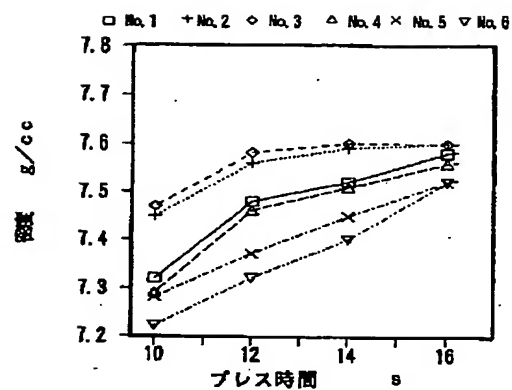


10 μm

【図5】



【図3】



【図4】

